

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-031386

(43)Date of publication of application : 03.02.1992

(51)Int.Cl.

C30B 15/20
C30B 29/06
C30B 30/04
H01L 21/208

(21)Application number : 02-136365

(71)Applicant : SHIN ETSU HANDOTAI CO LTD

(22)Date of filing : 25.05.1990

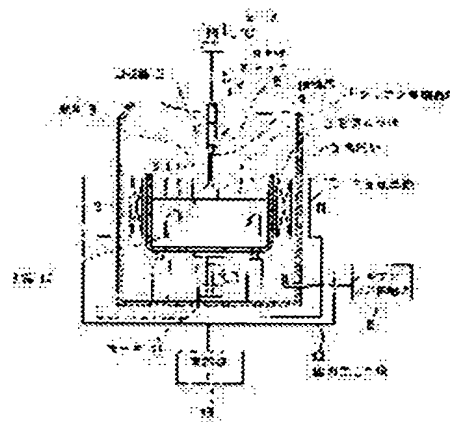
(72)Inventor : FUSEGAWA IZUMI
YAMAGISHI HIROTOSHI

(54) PULLING UP SEMICONDUCTOR SINGLE CRYSTAL

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain semiconductor single crystal having a given oxygen concentration distribution by changing intensity of magnetic field applied to semiconductor melt maintained in a quartz glass crucible corresponding to length of single crystal bar pulled up.

CONSTITUTION: A silicon single crystal bar 1 is formed by pulling up seed crystal 4 in contact with the surface of melt 3 in the pulling direction at low speed (v) while rotating a quartz crucible 2 and the seed crystal in fixed low speed. Oxygen dissolved in the melt 3 is bonded to Si, made into volatile SiO, released from the melt 3, entrained and removed with an argon gas. However, since oxygen not released and removed as SiO is left in the melt 3, the silicon single crystal bar 1 does not become completely pure and contains oxygen. Since oxygen contained in the silicon single crystal 1 consists essentially of interstitial oxygen in a bonded state to silicon atom, concentration of oxygen existing in the silicon single crystal can be known by measuring concentration of interstitial oxygen.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's]

THIS PAGE BLANK (USPTO)

⑫ 公開特許公報(A)

平4-31386

⑤ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成4年(1992)2月3日

C 30 B 15/20
29/06

G

8924-4G

H

7158-4G

7158-4G

7158-4G

H 01 L 30/04
21/208

P

7630-4M

審査請求 未請求 請求項の数 5 (全6頁)

⑭ 発明の名称 半導体単結晶引上方法

⑯ 特 願 平2-136365

⑰ 出 願 平2(1990)5月25日

⑱ 発 明 者 布 施 川 泉 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半導体株式会社半
導体磯部研究所内⑲ 発 明 者 山 岸 浩 利 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半導体株式会社半
導体磯部研究所内

⑳ 出 願 人 信越半導体株式会社 東京都千代田区丸の内1丁目4番2号

㉑ 代 理 人 弁理士 館 野 公 一

明 細 書

1. 発明の名称

半導体単結晶引上方法

2. 特許請求の範囲

(1) 石英ガラスルツボ中に保持された半導体融体より当該半導体単結晶棒を引き上げる磁場印加単結晶引上法において、当該石英ガラスルツボの回転数を一定とし、融体に印加された上記磁場の強度を単結晶棒の引上長に応じて変化させることを特徴とする半導体単結晶引上方法。

(2) 前記石英ガラスルツボの回転数を0～3rpmとする請求項1記載の半導体単結晶引上方法。

(3) 前記磁場が水平磁場である請求項1記載の半導体単結晶引上方法。

(4) 前記水平磁場強度が500～5000ガウスである請求項3記載の半導体単結晶引上方法。

(5) 引上げられた単結晶棒の引上長方向の格子間酸素濃度勾配に応じて、磁場強度時間変化率を調節する請求項1記載の半導体単結晶引上方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は石英ルツボ内の融液半導体の種結晶を接触させ、棒状の半導体単結晶を引上げる半導体単結晶の成長方法に関し、より詳しくは、半導体単結晶の引上げ方向の酸素濃度を前記融液半導体に印加された磁場強度を調整して所定の分布を得ることを特徴とした半導体単結晶の成長方法に関する。

〔従来の技術〕

シリコン単結晶をチョクラルスキー法(Czochralski Method: CZ引上げ法)にて成長させる場合に、シリコン融液を収容する容器として石英(SiO₂)ルツボが用いられるが、融点におけるシリコンは化学的に活性なため、ルツボの石英成分と反応し、それを同融液中に溶解するため、育成シリコン単結晶中に相当量の酸素が含まれることが知られている。また、ルツボ中の石英ガラス成分がシリコン融液中に溶解すると同時に、ルツボ中の他の微量不純物成分も同時に溶解し、育成シリコン単結晶中に含まれるようにな

る。

シリコン単結晶の酸素は、いわゆる内因性Getter効果のために歓迎され、比較的高いレベル、例えば、15~20ppmaのレベルで、その全長にわたってできるだけ均一に分布するための技術が開発された。例えば、特公昭60-6911号公報および特開昭57-135796号公報は、それらの技術を開示する。さらに、集積回路制作技術の進歩に伴って、内因性Getter効果に対する要求が少なくなり、同時にシリコン単結晶中の酸素以外の不純物が極力少ないものが要求されるようになることによって、シリコン融液に磁場を印加し、これによって結晶材料融液中の対流を抑制することによって、石英ガラスルツボ成分の溶解を抑えて高純度の結晶を得る方法が開発された。例えば、特開昭56-104781号公報はその技術を開示する。

また、特公昭60-6911号公報は、チョクラルスキー法によって石英ガラスルツボに含まれる半導体材料の溶融体から単結晶の棒状体を引き上げる工程において、引き上げ方向に沿って測定した酸

ていない。

本発明は上記の点に鑑みなされたもので、育成単結晶中の全長にわたって、実質的に10ppma以下の低酸素濃度を有し、かつ、単結晶の長さ方向の酸素濃度分布が所定の分布に制御され、その酸素濃度分布が均一の場合に、その制御精度が±5~10%以下であるようなシリコン単結晶棒の長さ方向の酸素濃度精密制御方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

本発明は、石英ガラスルツボ中に保持された半導体融体より当該半導体単結晶棒を引上げる磁場印加単結晶引上法において、当該石英ガラスルツボの回転数を一定とし、融体に印加された上記磁場の強度を融体の引上長に応じて変化させることを特徴とするものである。

次に図面を参照しつつ本発明を詳細に説明する。

第1図に本発明の半導体結晶棒1を成長するための装置の概要構造を示す。

酸素濃度のブルフィルの傾度と逆傾度になるように、前記ルツボの回転速度の傾度を制御する方法を開示する。

さらに、特開昭57-135796号公報は、大きく変わったシリコン種結晶体を溶融体用ルツボの回転と反対の方向にしかもより大きな初めの回転速度で回転させながら引き上げ、かつ溶融体用ルツボの溶融体の量が減るにつれて増大させる方法を開示する。

また、特開昭56-104781号公報は、結晶材料融液に磁場を印加し、これによって同融液の対流を抑制させることにより、石英ガラスルツボ成分の溶解を抑えて高純度の結晶を得る方法を開示する。

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、上記いずれの技術も育成された単結晶中の酸素濃度を同単結晶棒全体にわたって低下、例えば10ppma以下として、なおかつ、同単結晶棒の頭部から尾部にかけて、その分布を一定としたり、あるいは任意に制御する技術を開示し

密閉炉5内にはアルゴンガス供給源6からアルゴンガスが所定の流速にて供給される。アルゴンガスは、密閉炉5内に発生しているガス状のSiOを伴い、図略の排出口から放出される。石英ルツボ2は上方を開口した形状を有し、密閉炉5のほぼ中央に配置される。石英ルツボ2のまわりに配置された加熱手段7により加熱溶融したシリコンは融体3として石英ルツボ2内に収容される。シリコンの融体3の表面にはシリコンの種結晶4が接触して配置される。種結晶4は引上げチャック8を介して、モータ10で回転される回転軸9に連結される。回転軸9はモータ10で回転すると共に、図略の引き上げ手段により一定の低速度vで引き上げられる。一方、石英ルツボ2は密閉炉2の底面に回転可能に支持され、モータ11により一定の低速度(CRで表示する)、例えば、好ましくは0~3rpm内で選択される。

密閉炉5の外側には、例えば、直流電流Iにより磁場の強さを変化する電磁石等からなる磁場発生手段12が配置される。なお、磁場発生手段12に

電流 I を送る電流源を符号 13 で表示する。

第 2 図に示すシリコン単結晶棒 1 は、石英ルツボ 2 および種結晶 4 を一定の低速度で回転しながら、融体 3 の表面に接触している種結晶 4 を引き上げ方向に低速度 v で引き上げるにより形成される。第 1 図に示すように、石英ルツボ 2 と融体 3 とは石英ルツボの内壁で接触しているため、その接触部に摩擦が生じ、石英ルツボ 2 がこすられ、融体 3 内に酸素が溶解する。

融体 3 内に溶解した酸素は Si と結合し、揮発性の SiO となり、融体 3 から放出され、アルゴンガスにより同伴除去される。しかしながら、 SiO として放出除去されない酸素が融体 3 内に残るため、シリコン単結晶棒 1 は完全に純粋にはならず、酸素を含むものとなる。シリコン単結晶棒 1 内に含有する酸素は、シリコン原子と結合状態にある格子間酸素が主体であるので格子間酸素濃度 (O_i) を測定すれば実質的にシリコン単結晶中に混在する酸素濃度を知ることができる。融液 3 内に混入する酸素の量は石英ルツボ 2 の内壁

界値は、 $0 \sim 3 \text{ rpm}$ であり、石英ルツボの直径が大きくなると小さくなるが、その磁場条件によっても変わる。

第 3 図は CR が上記境界値以下の場合を表示するもので、 A_1 は磁場の強さが 3000 ガウス (G) の場合であり、 A_2 は 2000 ガウス (G)、 A_3 は 1000 ガウス (G)、 A_4 は 500 ガウス (G) の場合である。線 A_4 から線 A_1 にかけて下方に移動する。すなわち、磁場が強くなると Li と O_i との勾配方向は変わらないが (勾配そのものの値は変る) 酸素濃度 O_i が減少する方向に移動する。

以上のことから Li の変化に応じて磁場の強さ G_i の値を変化させることにより、例えば、第 3 図に示すように酸素濃度 O_i を一定の値に保持することが可能となる。すなわち Li が L_0 のときは交点 B_1 の 3000 ガウスの磁場の強さとし、 Li が進むにつれて、 $B_1 \sim B_4$ のように 2000 ガウス、1000 ガウス、500 ガウスと磁場の強さを変化させることにより O_i を一定値 O_{i0} に保持することが可能となる。

を融液でこする度合に比例するため、シリコン融液の量が減少することにより減少する。

従って、第 2 図に示すように、引き上げ条件を一定とした場合にシリコン単結晶棒 1 の引き上げ方向の長さを Li とすると、引き上げ長さ Li と格子間酸素濃度 O_i とは概念的には第 3 図に示すような関係となる。すなわち、横軸に Li をとり、縦軸に O_i とすると、ほぼ直線的に直線 $A_1 \sim A_4$ に示すように Li が大きくなるにつれて O_i が低減する。

一方、石英ルツボ 2 のまわりには磁場発生手段 12 が設けられ、融体 3 には磁力が作用する。石英ルツボ 2 の回転数 CR が低速の場合には、磁場強度の増大により融体 3 内に発生する対流 14 が抑制され、石英ルツボ 2 側からの酸素の溶解が低減されるが、回転数 CR がある値以上になると、磁場強度の増大と共に対流が抑制されるが、印加磁場による見掛けの粘性の増加のために、石英ルツボ 2 内壁と融体 3 との間の摩擦が大となり酸素の溶解量が逆に大となる。この石英ルツボ回転数の境

本発明において、磁場発生手段 12 を水平磁場とし、その磁場の強さを 500 ガウス (G) \sim 5000 ガウス (G) の範囲で変化させる。水平磁場としたのは対流 14 の抑制として水平磁場が直接的であり、確実にかつ迅速の調整が行われるためである。

500 ガウス未満では融体の対流を有効に抑制することができず、5000 ガウスを超えると融液の見掛け上の粘性が非常に高く、融液がほぼ静止した状態で、対流による混合が極端に妨げられるため、特に結晶成長面が融液に対し、極度に凹面になるなど、良好な結晶を得ることができなくなる。

第 3 図で得られたデータより、 O_{i0} の線を引き、それに交わる磁場強度を単結晶棒の引上長に対してプロットすると第 4 図が得られる。この第 4 図のパターンに従って、単結晶棒を引上げるにより、頭部から尾部にかけて一定の酸素濃度の単結晶棒を引上げることが可能になる。

上記の説明では、酸素濃度を一定にすることを目標としたが、 $O_i = f(Li)$ のように Li の函

数となるような一般化された場合にも上記と同様に、第3図に $O_i = f(L_i)$ の線を描き、それとの交点を求め、その交点における磁場強度を単結晶棒の引上長に対してプロットした図を作製し、この図のパターンに従って、引上長に応じて磁場強度を変化させつつ、引上げるることにより任意の酸素濃度分布の単結晶を得ることができる。

【実施例】

次に実施例を挙げて本発明をさらに詳細に説明する。

実施例 1

チョクラルスキー法（CZ引上げ法）によりシリコン単結晶を引上げる方法において、直径18インチの石英ルツボ中に 60kg のポリシリコンをチャージし溶融した後、成長方位が(100)で6インチの直径を持つシリコン単結晶を引上げた。その際に、成長方向に垂直な1方向に磁場をかけるいわゆる水平磁場MCZ法（HMCZ）を使用した。以下に実験結果を示した。

酸素濃度はおおむね8～9ppmaの範囲にコントロールされた物が得られた。

【発明の効果】

以上の説明で明らかなように、本発明によれば下記の効果が得られる。

①格子間酸素濃度の分布を自由に制御して単結晶棒を引上げることができ、例えば間酸素濃度が単結晶棒全体に亘って均一なものや、濃度の傾度が従来よりゆるやかなもの等、種々の酸素濃度の分布を有する単結晶棒が得られる。

②酸素濃度が全体的に低い単結晶棒が得られる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の方法に使用される装置の概要構造を示す一部軸断面図、

第2図は第1図の装置により形成されるシリコン単結晶棒を示す正面図、

第3図は磁場強度をパラメーターとしたシリコン単結晶棒の引上長と酸素濃度との関係を示すグラフ、

第5図は、ルツボ回転を 0.6rpm、種回転を 20rpmとした時の磁場強度に対する結晶中の格子間酸素濃度を示したものである。磁場強度は 500～3000ガウスの間で変化させた。引上長（固化率）が大きくなるにしたがって酸素濃度が減少している。また、磁場強度が大きくなるにしたがい酸素濃度が減少している。このとき、酸素濃度を 8～9ppmaに一定にコントロールしたシリコン単結晶を得るには従来はルツボ回転を徐々に増大させる方法が知られているが、第5図から類推できるようにルツボ回転を0.5rpmに保持したまま、引上長（固化率）にしたがい磁場強度を変化させることにより同様の効果を得ることができる。

第5図より酸素濃度が8～9ppmaになるように引上長にしたがい磁場強度を変動させるようにパターンを作った。それを第6図に示した。実際の引上げでは、第6図のパターンをコンピューターに記憶させておき、引上げと連動させて引上長と共に磁場強度を変動させた。得られた結果を第7図に示した。引き上がったシリコン単結晶棒中の

第4図は第3図上での作図により得られる単結晶棒と磁場強度との関係を示すグラフ、

第5図は実施例における磁場強度をパラメーターとしたシリコン単結晶棒の引上長と格子間酸素濃度との関係を示すグラフ、

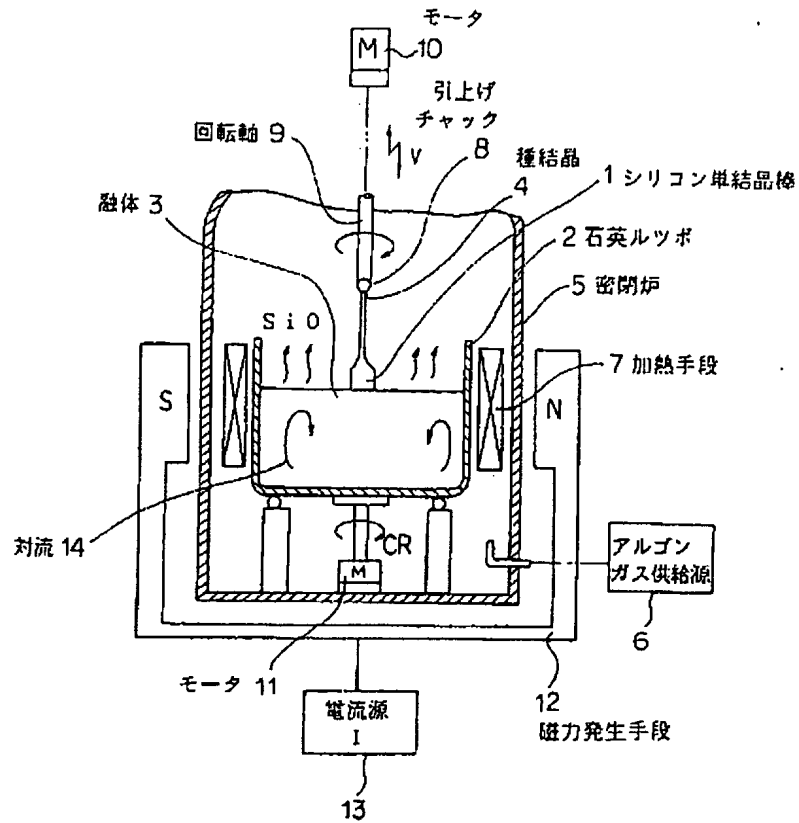
第6図は第5図上で求められる酸素濃度を8～9ppmaにするのに必要な磁場強度と単結晶棒の引上長との関係を示すグラフ、

第7図は第6図に従って、引上長に応じて磁場強度を変化させつつ引上げた単結晶棒の引上長と格子間酸素濃度との関係を示すグラフである。

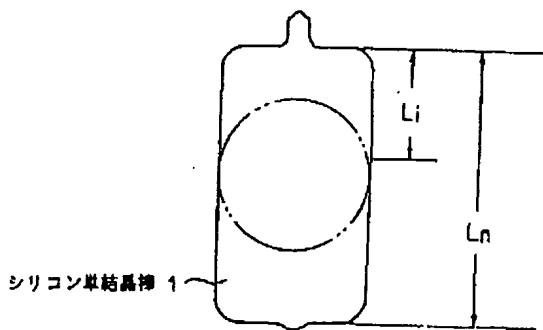
- 1・・・シリコン単結晶棒、2・・・石英ルツボ、
- 3・・・融体、4・・・種結晶、5・・・密閉炉、
- 6・・・アルゴンガス供給源、7・・・加熱手段、
- 8・・・引上げチャック、9・・・回転軸、
- 10,11・・・モータ、12・・・磁力発生手段、
- 13・・・電流源、14・・・対流。

出願人 信越半導体株式会社
代理人 弁理士 館野公一

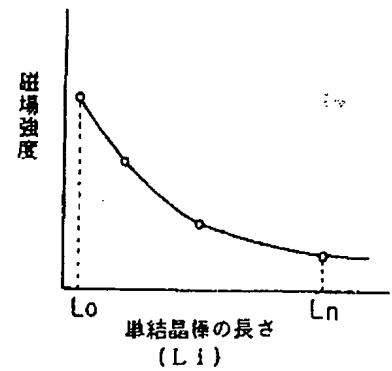
第 1 図



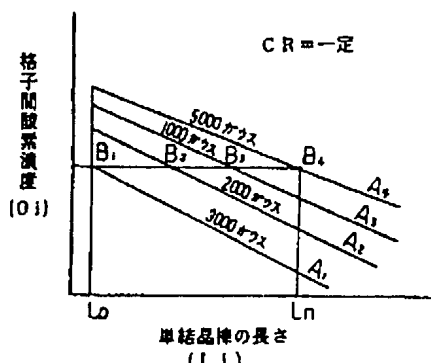
第 2 図



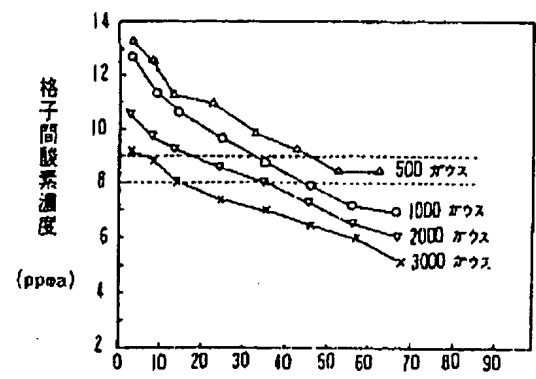
第 4 図



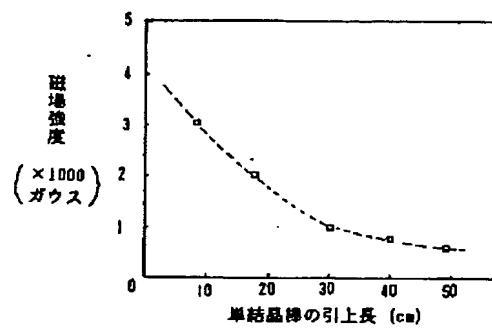
第 3 図



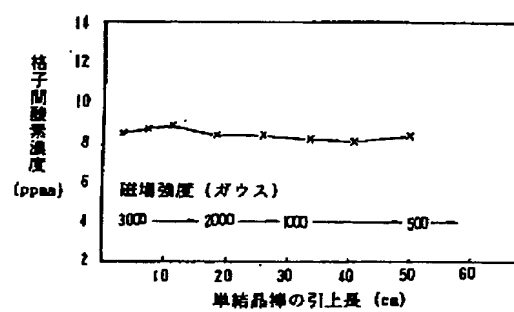
第 5 図



第 6 図



第 7 図



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)